

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

①⑫ Offenlegungsschrift  
①① DE 3433957 A1

②① Aktenzeichen: P 34 33 957.4  
②② Anmeldetag: 15. 9. 84  
④③ Offenlegungstag: 27. 3. 86

⑤① Int. Cl. 4:  
C 09 B 29/045  
C 09 B 29/09  
C 09 B 29/36  
D 06 P 1/04

DE 3433957 A1

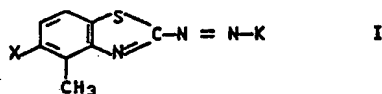
Behördenmarkierung

⑦① Anmelder:  
BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

⑦② Erfinder:  
Hagen, Helmut, Dr., 6710 Frankenthal, DE; Hansen,  
Günter, Dr., 6700 Ludwigshafen, DE; Ziegler, Hans,  
Dr., 6704 Mutterstadt, DE

⑤④ Benzthiazolazofarbstoffe

Die Erfindung betrifft Verbindungen der allgemeinen  
Formel I



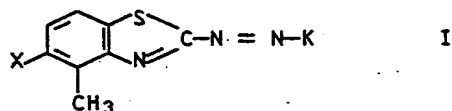
in der  
X Chlor oder Brom und  
K der Rest einer Kupplungskomponente sind.  
Die erfindungsgemäßen Verbindungen eignen sich insbe-  
sondere zum Färben von synthetischen Polyestern.

DE 3433957 A1

Patentansprüche

## 1. Verbindungen der allgemeinen Formel I

05



in der

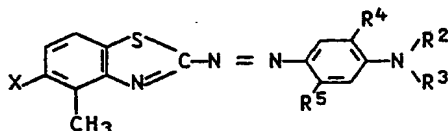
10

X Chlor oder Brom und

K der Rest einer Kupplungskomponente sind.

## 2. Verbindungen gemäß Anspruch 1 der Formel Ia

15



20

in der

R<sup>4</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, Methoxy oder Ethoxy,R<sup>5</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkanoylamino, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl-sulfonylamino oder Benzoylamino undR<sup>2</sup> und

25

R<sup>3</sup> unabhängig voneinander gegebenenfalls substituiertes C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl, Allyl, Cyclohexyl, Benzyl oder Phenyläthyl sind und

X die angegebene Bedeutung hat.

30

## 3. Verwendung der Verbindungen gemäß Anspruch 1 zum Färben textiler Fasern.

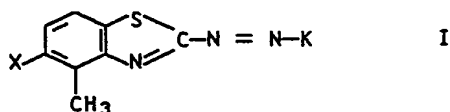
35

465/84 Bg 14.09.1984

Benzthiazolazofarbstoffe

Die Erfindung betrifft Verbindungen der allgemeinen Formel I

05



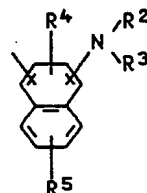
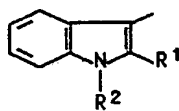
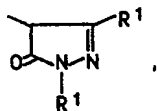
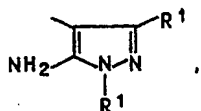
in der

10

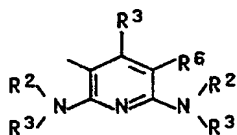
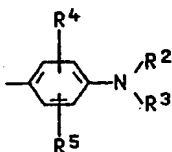
X Chlor oder Brom und  
K der Rest einer Kupplungskomponente sind.

Die Kupplungskomponenten K entsprechen z.B. den allgemeinen Formeln

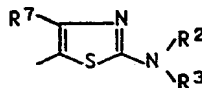
15



20



oder



25

wobei

R<sup>1</sup> Wasserstoff, Alkyl, Aralkyl oder Aryl,

R<sup>2</sup> Wasserstoff oder R<sup>3</sup>,

R<sup>3</sup> gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Cycloalkyl, Alkenyl, Aralkyl oder Aryl,

30

R<sup>4</sup>,

R<sup>5</sup> Wasserstoff, Alkyl, Alkoxy, Phenoxy, Halogen, Alkylsulfonylamino, Di-alkylaminosulfonylamino oder Acylamino,

R<sup>6</sup> Cyan, Carbamoyl, Nitro oder Carbalkoxy und

35

R<sup>7</sup> gegebenenfalls substituiertes Phenyl, Thienyl, Alkyl oder Aralkyl sind.

Einzelne Reste R<sup>1</sup> sind neben den bereits genannten beispielsweise Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Benzyl, Phenethyl, Phenyl, o-, m-, p-Tolyl oder o-, m-, p-Chlorphenyl.

- 05 Reste R<sup>3</sup> sind neben den bereits genannten z.B.: C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkylgruppen, die durch Chlor, Brom, Hydroxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkoxy, Phenoxy, Cyan, Carboxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkanoyloxy, Benzoyloxy, o-, m-, p-Methylbenzoyloxy, o-, m-, p-Chlorbenzoyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkoxyalkanoyloxy, Phenoxyalkanoyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkoxycarbonyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkoxyalkoxycarbonyloxy, Benzyloxy-
- 10 carbonyloxy, Phenethyloxycarbonyloxy, Phenoxyethoxycarbonyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkylaminocarbonyloxy, Cyclohexylaminocarbonyloxy, Phenylaminocarbonyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkoxycarbonyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkoxyalkoxycarbonyl, Phenoxy-
- carbonyl, Benzyloxycarbonyl, Phenoxy-C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-alkoxy oder Phenethyloxy-
- carbonyl substituiert sein können sowie Phenyl, Benzyl, Phenethyl oder
- 15 Cyclohexyl.

- Einzelne Reste R<sup>3</sup> sind z.B.: Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Allyl, Methallyl, 2-Chlorethyl, 2-Bromethyl, 2-Cyanethyl, 2-Hydroxyethyl, 2-Phenyl-2-hydroxyethyl, 2,3-Dihydroxypropyl, 2-Hydroxypropyl, 2-Hydroxy-
- 20 butyl, 2-Hydroxy-3-phenoxypropyl, 2-Hydroxy-3-methoxypropyl, 2-Hydroxy-3-butoxypropyl, 3-Hydroxypropyl, 2-Methoxyethyl, 2-Ethoxyethyl, 2-Propoxy-
- ethyl, 2-Butoxyethyl, 2-Phenoxyethyl, 2-Phenoxypropyl, 2-Acetoxyethyl, 2-Propionyloxyethyl, 2-Butyryloxyethyl, 2-Isobutyryloxyethyl, 2-Methoxy-
- methylcarbonyloxyethyl, 2-Ethoxymethylcarbonyloxyethyl, 2-Phenoxymethyl-
- 25 carbonyloxyethyl, 2-Methoxycarbonyloxyethyl, 2-Ethoxycarbonyloxyethyl, 2-Propoxycarbonyloxyethyl, 2-Butoxycarbonyloxyethyl, 2-Phenyloxy-
- carbonyloxyethyl, 2-Benzyloxy-
- carbonyloxyethyl, 2-Methoxyethoxy-
- carbonyloxyethyl, 2-Ethoxyethoxy-
- carbonyloxyethyl, 2-Propoxyethoxy-
- carbonyloxyethyl, 2-Butoxyethoxy-
- carbonyloxyethyl, 2-Methylaminocarbonyloxyethyl, 2-Ethylaminocar-
- 30 bonyloxyethyl, 2-Propylaminocarbonyloxyethyl, 2-Butylaminocarbonyloxy-
- ethyl, 2-Methoxycarbonylethyl, 2-Ethoxycarbonylethyl, 2-Propoxycarbonyl-
- ethyl, 2-Butoxycarbonylethyl, 2-Phenoxycarbonylethyl, 2-Benzoyloxy-
- carbonylethyl, 2-β-Phenylethoxycarbonylethyl, 2-Methoxyethoxycarbonylethyl,
- 2-Ethoxyethoxycarbonylethyl, 2-Propoxyethoxycarbonylethyl, 2-Butoxyethoxy-
- 35 carbonylethyl, 2-Phenoxyethoxycarbonylethyl oder 2-Benzoylethyl.

Als Reste R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> kommen beispielsweise Wasserstoff, Methyl, Ethyl, Propyl, Brom, Chlor, Methoxy, Ethoxy, Phenoxy, Benzyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkanoylamino, Benzoylamino, sowie C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylsulfonylamino oder -Di-alkylaminosulfonylamino in Betracht.

05

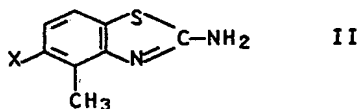
Reste R<sup>6</sup> sind neben den bereits genannten z.B.: Aminocarbonyl, Methylaminocarbonyl, Dimethylaminocarbonyl, Ethylaminocarbonyl, Diethylaminocarbonyl, Methoxycarbonyl, Ethoxycarbonyl, n- und i-Propoxycarbonyl, n-, i- und sek.-Butoxycarbonyl, Methoxyethoxycarbonyl, Ethoxyethoxycarbonyl, n- und i-Propoxyethoxycarbonyl oder n-, i- und sek.-Butoxyethoxycarbonyl.

10

Reste R<sup>7</sup> sind beispielsweise durch C<sub>1</sub>- bis C<sub>10</sub>-Alkyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>10</sub>-Alkoxy, Phenoxy, Benzyloxy, Phenyl, Chlor, Brom, Nitro, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Mono- oder Dialkylamino, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxy-ethoxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl- oder Phenylmercapto, C<sub>1</sub>- bis C<sub>5</sub>-Alkanoylamino, wie Acetylamino, Propionylamino, Butyrylamino oder Valerylamino, ein- oder mehrfach substituiertes Phenyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonylmethyl, Cyanmethyl oder Benzyl.

15

20 Zur Herstellung der Verbindungen der Formel I kann man eine Diazoniumverbindung des Amins der Formel II



25

mit Kupplungskomponenten der Formel



30

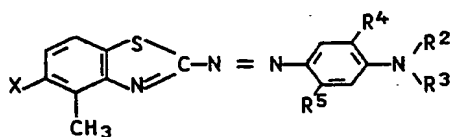
in an sich bekannter Weise umsetzen.

Einzelheiten der Umsetzungen können den Beispielen entnommen werden, in denen sich Angaben über Teile und Prozente, sofern nicht anders vermerkt, auf das Gewicht beziehen.

35

Die Verbindungen der Formel I sind gelb bis blau und eignen sich insbesondere als Dispersionsfarbstoffe für synthetische und halbsynthetische Fasern, z.B. Celluloseester, Polyamide und insbesondere Polyester. Man erhält brillante Färbungen mit guten Echtheiten, von denen die Thermofixier- und Naßechtheiten hervorzuheben sind.

Von besonderer Bedeutung sind Verbindungen der Formel Ia



in der

R<sup>4</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, Methoxy oder Ethoxy.

R<sup>5</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkanoylamino, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylsulfonylamino oder Benzoylamino und

R<sup>2</sup> und

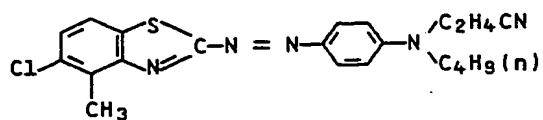
R<sup>3</sup> unabhängig voneinander gegebenenfalls substituiertes C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl, Allyl, Cyclohexyl, Benzyl oder Phenyläthyl sind und

X die angegebene Bedeutung hat.

Vorzugsweise ist R<sup>4</sup> Wasserstoff oder Methoxy, R<sup>5</sup> Wasserstoff, Methyl oder Acetylamino und R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> sind unabhängig voneinander gegebenenfalls substituiertes C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl oder Allyl.

#### Beispiel 1

20 Teile 2-Amino-4-methyl-5-chlorbenzthiazol wurden in einem Gemisch von 140 Teilen Eisessig/Propionsäure (17:3) gelöst und bei 0 bis 5 °C im Verlauf einer Stunde mit 32 Teilen Nitrosylschwefelsäure (11,5 % N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) versetzt. Nach vierstündigem Rühren bei 0 bis 5 °C wurde die Mischung zu einer Lösung aus 22,4 Teilen N-Cyanethyl-N-butylanilin, 50 Teilen 30 %iger Salzsäure, 500 Teilen Wasser, 500 Teilen Eis und 1,2 Teilen eines Fettalkoholethoxylats zugegeben. Nach Beendigung der Kupplung wurde die erhaltene Farbstoffsuspension auf 40 °C erwärmt, filtriert, der Filterkuchen mit Wasser neutral gewaschen und bei 60 °C im Vakuum getrocknet. Man erhielt 38 Teile des Farbstoffs der Formel

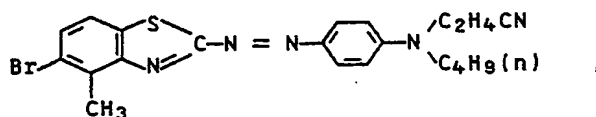


05 der Polyestergewebe in echten Scharlachtönen färbt.

### Beispiel 2

Verwendet man anstelle von 20 Teilen 2-Amino-4-methyl-5-chlor-benzthiazol  
25 Teile 2-Amino-4-methyl-5-brom-benzthiazol und verfährt wie in Beispiel

10 1 beschrieben, so erhält man 41 Teile des Farbstoffs der Formel



15

der Polyester ebenfalls in brillanten Scharlachtönen färbt.

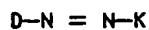
Analog wurden auch die in der folgenden Tabelle durch Diazotierungs- und  
Kupplungskomponenten gekennzeichneten Farbstoffe erhalten.

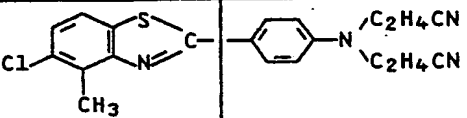
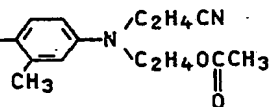
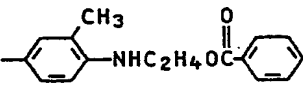
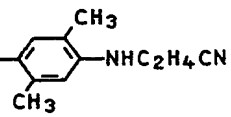
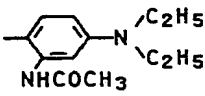
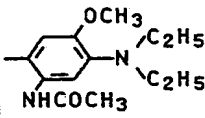
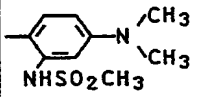
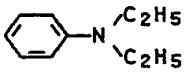
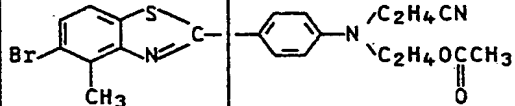
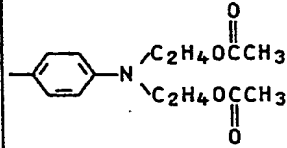
20

25

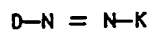
30

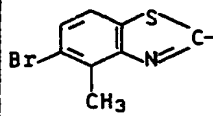
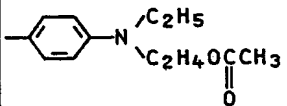
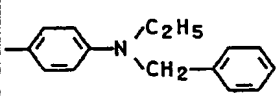
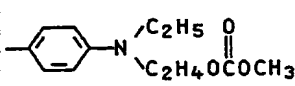
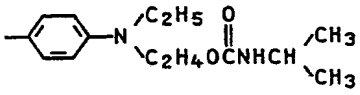
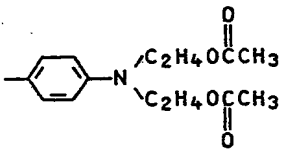
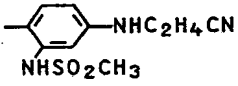
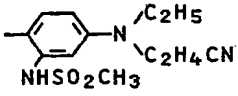
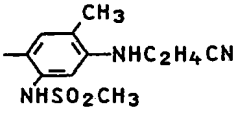
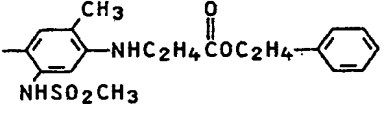
35



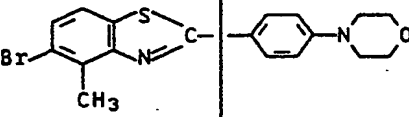
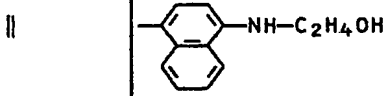
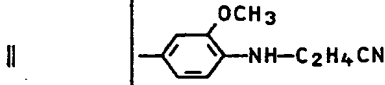
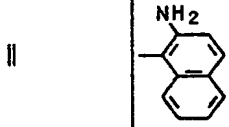
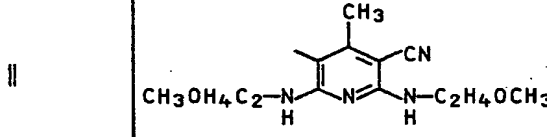
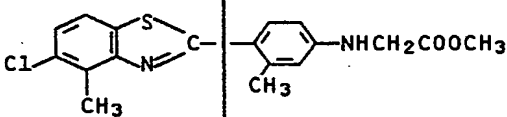
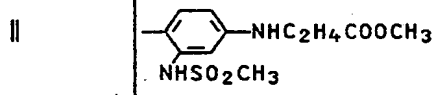
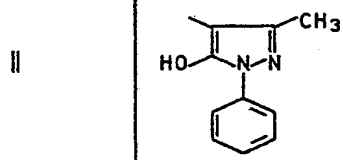
Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05	3		scharlach
	4		rot
10	5		scharlach
15	6		rot
20	7		violett
	8		blauviolett
25	9		rotviolett
	10		rot
30	11		rot
35	12		rot

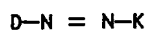


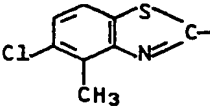
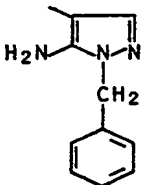
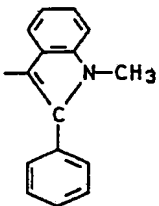
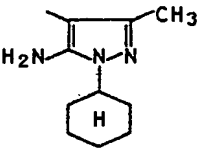
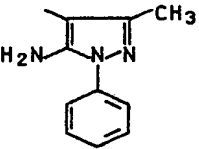
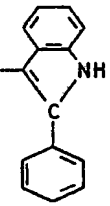
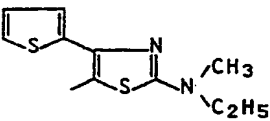


Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05	13		rot
10	14		rot
15	15		blaustichig rot
15	16		rot
20	17		rot
25	18		blaustichig rot
30	19		rot
35	20		blaustichig rot
	21		blaustichig rot
	22		blaustichig rot

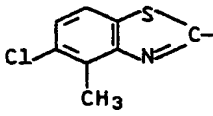
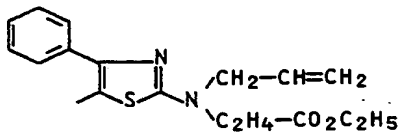
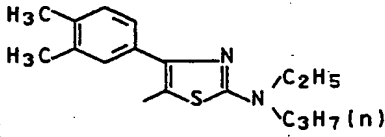
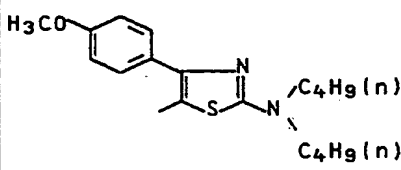
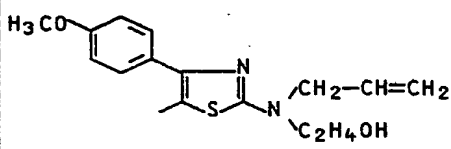
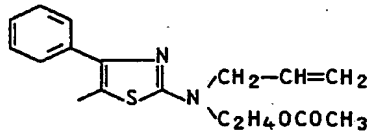
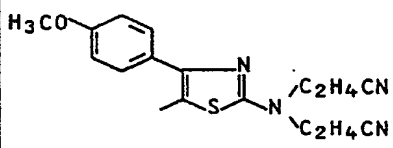
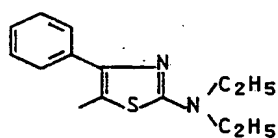
D-N = N-K

Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05	23		rot
	24		blaustichig rot
10	25		rot
15	26		rot
20	27		rot
25	28		scharlach
	29		blaustichig rot
30	30		gelb



	Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05	31			orange
10	32			orange
15	33			orange
20	34			orange
25	35			orange
30	36			marineblau

D-N = N-K

Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05 37			violett
10 38			blauviolett
15 39			violett
20 40			marineblau
25 41			rotviolett
30 42			violett
35 43			rotviolett